

(19) 日本国特許庁 (JP) (20) 公開特許公報 (A) (21) 特許出願番号
 特開2001-288127
 (P2001-288127A)

(43) 公開日 平成13年10月16日 (2001.10.16)

(51) IntCL*	識別記号	P I	代理人 (参考)
C 07 C 17/18		C 07 C 17/18	4 H 006
B 01 J 31/02	1 0 2	B 01 J 31/02	1 0 2 X 4 H 039
C 07 C 19/01		C 07 C 19/01	
# C 07 B 61/00	3 0 0	C 07 B 61/00	3 0 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願2000-104514(P2000-104514)	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22) 出願日	平成12年4月6日 (2000.4.6)	(71) 出願人	591282768 南海化学工業株式会社 大阪府大阪市西区南堀江1丁目12番19号
		(72) 発明者	安藤 恒 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内
		(74) 代理人	100069887 弁理士 古谷 雄 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名稱】 塩化アルキルの製造法

(57) 【要約】

【課題】 高純度の塩化アルキルを高収率でかつ經濟的に製造する方法の提供。

【解決手段】 アルコールと塩酸を反応させて塩化アルキルを製造する際に、反応促進剤としてアルキル基の炭素数らへ2のアルキルジメチルアミンを用い、ガス状の塩酸を反応系内に導入して反応させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルコールと塩酸を反応させて塩化アルキルを製造する際に、反応促進剤としてアルキル基の炭素数ら~2のアルキルジメチルアミンを用い、ガス状の塩酸を反応系内に導入して反応させる塩化アルキルの製造法。

【請求項2】 反応促進剤を分離により除去する請求項1記載の製造法。

【請求項3】 反応促進剤の添加量がアルコールに対しても、0.01~0.5モル倍である請求項1又は2記載の製造法

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高純度の塩化アルキルを高収率でかつ経済的に製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 塩化アルキルの製造法として、特開平6-1729号に、アルコール及び塩化水素ガスを連續的に反応槽に導入し、生成する塩化アルキル・副生物・水及び過剰の塩化水素ガスを連続的に留出させる方法、特公平5-57973号に、触媒として塩化亜鉛を用いる方法、特公昭51-2855号に、触媒としてビリジン、トリピチルアミン等のアミン類を用いる方法が開示されている。これらの方法は、連續的に反応液であるアルコール及び塩化水素ガスを供給し、且つ生成物を連続的に分離することを特徴としているが、アルキル鎖長の長い高沸点を有する塩化アルキルの製造には適さず、また反応副生成物量も多く認められている。

【0003】 また特公昭59-34646号には、使用する塩化水素ガス量を最小限にするために、多量のアミン類又はその塩酸塩を使用する方法が開示されているが、この方法は生産性を犠牲にしており、また生成物の分離に塗膜生成を用いていたため、装置設備への負荷も大きい。特公昭56-53289号及び特公昭61-26649号には、シクロヘキサン環を有する反応促進剤を用いる方法が開示されており、高選択性な反応を実現しているが、これらの方法は多量の反応促進剤を用いたり、あるいは塩酸水溶液を用いているため、生産性が劣るという問題点がある。

【0004】 更に特開昭5-14328号には、アルコールと塩酸を加圧下で反応させる方法が開示されているが、加圧反応に要する設備が複雑になることが予想されるため、経済的に問題がある。

【0005】 本発明の課題は上記のような問題点を解決し、高純度の塩化アルキルを高収率でかつ経済的に製造する方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、アルコールと塩酸を反応させて塩化アルキルを製造する際に、反応促進剤としてアルキル基の炭素数ら~2のアルキルジメチルアミンを用い、ガス状の塩酸を反応系内に導入して反応させる塩化アルキルの製造法である。

【0007】

【発明の実施の形態】 本発明に用いられる原料アルコールとしては、炭素数ら~2の、特にら~2の飽和又は不飽和の直鎖又は分岐鎖アルコールが好ましい。

【0008】 本発明で反応促進剤として用いられるアルキルジメチルアミンは、高純度の塩化アルキルを得、かつ生産性を向上させるという観点から、アルキル基の炭素数は6~20であり、8~18が好ましい。この反応促進剤の添加量は、アルコールに対しても、0.05~0.5モル倍が好ましく、0.01~0.3モル倍が更に好ましい。

【0009】 本発明の反応にはガス状の塩酸、即ち、塩酸水溶液を導入しガス状にしたものを導入する。過剰の塩酸は塩酸吸收塔を反応槽の後に設置し、塩酸水溶液として回収するのが好ましい。

【0010】 本発明の反応温度は120~180°Cが好ましく、130~160°Cが更に好ましい。反応圧力は常圧で行うことが好ましい。

【0011】 本発明の反応促進剤は反応終了後攪拌して分離するか、或いは水を添加後静置して分離することにより、アルキルジメチルアミン塩酸塩水溶液として回収し、そのまま次の反応に供与することができる。またこの時の水は反応系界温中に系外に除去される。

【0012】

【実施例】 実施例1

精留塔をついたガラス製の反応容器に、ドデシルアルコール1000cc、及びジメチルオクチルアミン0.2モル倍（剤用料アルコール）を仕込み、搅拌しながら130°Cまで昇温した。その後、毎時0.4モル倍（剤用料アルコール）の速度で、ガス状の塩酸を反応系内に導入した。アルコールの減少速度をガスクロマトグラフィーで分析し、未反応アルコール濃度が0.1%になったところで塩酸ガスの導入を止め反応を終了した。塩酸ガス導入開始後、反応終了までの時間を表1に示す。

【0013】 また、比較として、ジメチルオクチルアミンの代わりに表1に示す各種反応促進剤を、表1に示す量用い、同様に反応させた。その結果も表1に示した。

【0014】

【参考】

	反応促進剤	添加量 (モル比アルコール)	反応時間 (h)
本発明例	ジメチルオクチルアミン	0.2	6
	ジメチルシクロオキシルアミン	1.0	12
	トリフォニルメチスル芬	0.3	43
	オクチルトリメチルアミニウムクロリド*	1.0	10
	トリアミン	0.2	16
	ビリジン	0.3	12

【0015】表1の結果から、ジメチルオクチルアミンは、少數でも僅めて効率的に反応を進行させることができる。

【0016】実施例2

反応促進剤としてジメチルオクチルアミンを0.1モル倍(対原料アルコール)用い、反応温度を140°Cとする以外は実施例1と同様の反応を行った。反応終了後、反応

促進剤を分離・水洗により除去し、塩化ドデシルを得た。また、比較として、ジメチルオクチルアミンの代わりに酸化亜鉛(1重量%対原料アルコール)を用いて同様に反応を行い、その後蒸留にて酸化亜鉛を分離し、塩化ドデシルを得た。これらの結果を表2に示す。

【0017】

【表2】

	反応促進剤	反応時間 (h)	製品組成(%)		
			塩化 ドデシル	副生物*	未反応 アルコール
本発明例	ジメチルオクチルアミン	9	99.0	<0.1	<0.1
比較例	酸化亜鉛	10	97.8	0.48	<0.1

【0018】*: 副生物はZ級塩化アルキル等
表2の結果から、ジメチルオクチルアミンは、設備的に負荷の大きい蒸留工程を用いても容易に分離ができる。また、また製品純度も極めて高いことが判る。

【0019】実施例3

表3に示す原料アルコール及び反応促進剤を用い、反応

温度を165°C、反応促進剤添加量を0.05モル倍とする以外は実施例1と同様の反応を行った。反応終了後、反応促進剤を分離・水洗により除去し、塩化アルキルを得た。これらの結果を表3に示す。

【0020】

【表3】

	原料アルコール	反応促進剤	反応時間 (h)	塩化ドデシル純度 (%)	
				ジメチルオクチルアミン	ジメチルオクチルアミン
本発明例	ジメチルオクチルアミン	ジメチルオクチルアミン	6	99.0	98.5
		ジメチルオクチルアミン	8	98.5	98.5
		ジメチルオクチルアミン	9	98.5	98.5
		ジメチルオクチルアミン	11	98.8	98.8
本発明例	オクタデシルアルコール	ジメチルオクチルアミン	6	98.1	98.1

【0021】表3の結果から、本発明の反応促進剤は、効率的に反応を促進させることができると判る。

【0022】実施例4

反応温度を180°C、反応促進剤の添加量を表4に示すように変化させる以外は実施例1と同様の反応を行った。

反応終了後、反応促進剤を分離・水洗により除去し、塩化ドデシルを得た。これらの結果を表4に示す。

【0023】

【表4】

	反応促進剤	添加量 (モル比アルコール)	反応時間 (h)	塩化ドデシル純度 (%)		
				ジメチルオクチルアミン	副生物 (%)	未反応 アルコール (%)
本発明例	ジメチルオクチルアミン	0.005	10	96.1	<0.1	<0.1
		0.02	7	98.0	<0.1	<0.1
		0.15	4	99.0	<0.1	<0.1

【0024】表4の結果から、本発明の反応促進剤は、

少ない添加量でも効率的に反応を促進させることができ

る。

【0025】実施例5

封剤アルコールとしてヘキサデシルアルコール、反応促進剤として表5に示す本発明のアルキルジメチルアミン又は比較品を0.1モル倍(封剤アルコール)用い、反

応温度を145°Cとする以外は実施例1と同様の反応を行った。これらの結果を表5に示す。

【0026】

【表5】

	反応促進剤	反応時間 (h)
本発明例	ジメチルジメチルアミン	9
比較例	トリアミン	20
	トリメチルヘキサンジアミン	析出物あり
	ヘンタデシルジメチルアミン	析出物あり

【0027】表5の結果から、本発明の反応促進剤は、他のアミン化合物に比べて高性能を示すことが判る。

フロントページの続き

(72)発明者 谷口 秀樹

和歌山県和歌山市湊1384 花王株式会社研
究所内

(72)発明者 音成 栄

和歌山県和歌山市小瀬賀1丁目1番38号
南海化学工業株式会社内

Eクーム(参考) 4H066 AA02 AC30 BA51 BC34

4H030 CA50 CD30

JP 2001-288127 A

(11) Publication number : 2001-288127 (51) Int.CI. C07C 17/16
(43) Date of publication of application : 16.10.2001
B01J 31/02
C07C 19/01
// C07B 51/00

(21) Application number : 2000-104514 (71) Applicant : KAO CORP
(22) Date of filing : 06.04.2000 NANKAI KAGAKU KOGYO KK
(72) Inventor : ABE YUTAKA
TANIGUCHI HIDEKI
OTONARI HIROSHI

(54) METHOD FOR PRODUCING ALKYL HALIDE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for industrially producing a highly pure alkyl halide in a high yield.

SOLUTION: This method for producing the alkyl halide by a reaction of an alcohol with hydrochloric acid, is characterized by use of an alkyldimethylamine (wherein the alkyl group has 6 to 20 carbon atoms) as a reaction accelerator and by introduction of gaseous hydrochloric acid into a reaction mixture.

Disclaimer

This is a machine translation performed by NCTPI (<http://www.ipdl.ncipi.go.jp>) and received and compiled with PatBot (<http://www.patbot.de>). PatBot can't make any guarantees that this translation is received and displayed completely!

Notices from NCIP

Copyright (C) JPO, NCIP

The JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.